

### PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: 2003040724 A

(43) Date of publication of application: 13.02.03

(51) Int. CI A61K 7/00 A61K 7/075

(21) Application number: 2001193512

(22) Date of filing: 26.06.01

(30) Priority: 22.05.01 JP 2001153033 (71) Applicant:

**CHISSO CORP** 

(72) Inventor:

**ITO TAKASHI HIRAKI JUN** 

#### (54) COSMETIC AND COSMETIC PRESERVATIVE

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide both a cosmetic having high safety and excellent shelf life without being influenced with cosmetic components and a cosmetic preservative.

SOLUTION: This cosmetic is obtained formulating ε-polylysine and/or its salt and an organic acid salt with the cosmetic. The cosmetic preservative is prepared by combining the <sub>E</sub>-polylysine and/or its salt with the organic acid salt.

COPYRIGHT: (C)2003,JPO

(19) 日本国特許庁 (JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開2003-40724

(P2003-40724A)

(43)公開日 平成15年2月13日(2003.2.13)

(51) Int.Cl.7

識別記号

FΙ

テーマコート\*(参考)

A61K 7/00

A61K 7/00

4C083 С

F J

M

N

審査請求 未請求 請求項の数17 OL (全 23 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号

特願2001-193512(P2001-193512)

(22)出願日

平成13年6月26日(2001.6.26)

(31) 優先権主張番号 特願2001-153033 (P2001-153033)

(32)優先日

平成13年5月22日(2001.5.22)

(33)優先権主張国

日本(JP)

(71)出願人 000002071

チッソ株式会社

大阪府大阪市北区中之島3丁目6番32号

(72)発明者 伊藤 敬史

神奈川県横浜市金沢区大川5-1 チッソ

株式会社横浜研究所内

(72) 発明者 平木 純

神奈川県横浜市金沢区大川5-1 チッソ

株式会社横浜研究所内

最終頁に続く

#### (54) 【発明の名称】 化粧品および化粧品保存料

#### (57)【要約】

【課題】 化粧品成分による阻害を受けることなく、安 全性が高く、且つ保存性に優れた化粧品の提供と、化粧 品保存料の提供。

【解決手段】 εーポリリジンおよび/またはその塩 と、有機酸塩とを化粧品に配合する。  $\epsilon$  -ポリリジンお よび/またはその塩と、有機酸塩とを併せて化粧品保存 料とする。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 ε-ポリリジンおよび/またはその塩 と、有機酸塩とを含有する化粧品。

【請求項2】 有機酸塩がクエン酸塩、リンゴ酸塩、乳 酸塩、酢酸塩、コハク酸塩、およびリン酸塩から選ばれ た1種以上である請求項1記載の化粧品。

【請求項3】 さらに、ノニオン性界面活性剤、両性界 面活性剤、およびアニオン性界面活性剤から選ばれた1 種以上を含有する請求項1記載の化粧品。

【請求項4】 の何れか1項記載の化粧品。

【請求項5】 有機酸がクエン酸、リンゴ酸、乳酸、酢 酸、コハク酸、およびリン酸から選ばれた1種以上であ る請求項4記載の化粧品。

【請求項6】 pH緩衝液を含有する請求項1~5の何 れか1項記載の化粧品。

【請求項で】 pH緩衝液がクエン酸塩、クエン酸、リ ンゴ酸、乳酸、酢酸、コハク酸、およびリン酸から選ば れた1種以上の酸とその塩からなる p H緩衝液である請 求項6記載の化粧品。

【請求項8】 εーポリリジンおよび/またはその塩 と、有機酸塩とを含有する化粧品保存料。

【請求項9】 有機酸塩がクエン酸塩、リンゴ酸塩、乳 酸塩、酢酸塩、コハク酸塩、およびリン酸塩から選ばれ た1種以上である請求項8記載の化粧品保存料。

【請求項10】 さらに、有機酸を含有する請求項8ま たは9記載の化粧品保存料。

有機酸がクエン酸、リンゴ酸、乳酸、 【請求項11】 酢酸、コハク酸、およびリン酸から選ばれた1種以上で ある請求項10記載の化粧品保存料。

【請求項12】 p H緩衝液を含有する請求項8~11 の何れか1項記載の化粧品保存料。

【請求項13】 pH緩衝液がクエン酸塩、クエン酸、 リンゴ酸、乳酸、酢酸、コハク酸、およびリン酸から選 ばれた1種以上の酸とその塩からなるpH緩衝液である 請求項12記載の化粧品保存料。

【請求項14】 さらに、界面活性剤および/またはア ミノ酸を含有する請求項8~13の何れか1項記載の化 粧品保存料。

【請求項15】 界面活性剤が、グリセリンと炭素数8 ~12の脂肪酸とのモノエステル、重合度2~9のポリ グリセリンと炭素数8~16の脂肪酸とのモノエステル およびジエステル、ショ糖と炭素数8~16の脂肪酸と のモノエステルおよびジエステル、および、糖と炭素数 8~16の脂肪酸とのエーテル化物から選ばれた1種以 上である請求項14記載の化粧品保存料。

【請求項16】 アミノ酸が、グリシンおよびアラニン から選ばれた1種以上である請求項14記載の化粧品保 存料。

【請求項17】 請求項8~16の何れか1項記載の化 50 塩とを含有する化粧品。

粧品保存料を含有する化粧品。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、化粧品および化粧 品保存料に関する。

[0002]

【従来の技術】化粧品には、微生物による腐敗とそれに 伴う品質の低下を防止することを目的として、安息香酸 類、ソルビン酸類、安息香酸エステル類、グルコン酸ク さらに、有機酸を含有する請求項1~3 10 ロルヘキシジンなどの合成保存料が使用されている。そ のなかでも、パラヒドロキシ安息香酸エステル類(以 下、「パラベン」と記述する。) は最も広く使用されて いる。

[0003]

20

【発明が解決しようとする課題】しかしながらパラベン は、①グラム陰性菌に対する抗菌効果が低い、②化粧品 成分として汎用的に使用されるリン脂質などの両性界面 活性剤や、ノニオン性界面活性剤などにより抗菌効果が 低下してしまう、③皮膚刺激性やアレルギー性を有す る、などの課題を有している。微生物汚染の原因となる 菌種を問わず充分な防腐能力を有し、かつ種々の化粧品 成分存在下でも該防腐能力の低下が少なく、さらに安全 性に優れた化粧品が求められている。

【0004】安全性に優れた化粧品として、天然物由来 の食品保存料である ε ーポリリジンおよび/またはその 塩を保存料として含有した化粧品が提案されている(特 開平5-64608公報、特開平11-228308公 報、特開2000-239118公報)。 しかしなが ら、εーポリリジンおよび/またはその塩は、化粧品成 30 分であるアニオン性物質、例えば、ヒアルロン酸やコン ドロイチン硫酸などのムコ多糖類、キサンタンガムやカ ルボキシメチルセルロースナトリウムなどの造粘多糖 類、ポリオキシエチレンラウリルエーテル硫酸ナトリウ ム・エチレンオキサイド付加物やスルホコハク酸ラウリ ルナトリウム塩などのアニオン性界面活性剤などと吸着 したり塩を形成したりして、濁りや沈殿を生じたり抗菌 効果が阻害されることがあった。

[0005]

【課題を解決するための手段】本発明者は前述の従来技 術の課題に鑑み鋭意研究を重ねた。その結果、εーポリ リジンおよび/またはその塩と、有機酸塩とを含有する 化粧品であれば、化粧品成分による吸着や造塩、および 抗菌性阻害を受けることなく、微生物による腐敗や劣化 が起こりにくいこと。さらに、該化粧品は肌荒れや皮膚 刺激性が少ないことを見出し、この知見に基づいて本発 明を完成させた。

【0006】本発明は、下記構成(1)~(16)を有 する。

(1) εーポリリジンおよび/またはその塩と、有機酸

【0007】(2)有機酸塩がクエン酸塩、リンゴ酸 塩、乳酸塩、酢酸塩、コハク酸塩、およびリン酸塩から 選ばれた1種以上である前記第1項記載の化粧品。

【0008】(3) さらに、ノニオン性界面活性剤、両 性界面活性剤、およびアニオン性界面活性剤から選ばれ た1種以上を含有する前記第1項記載の化粧品。

【0009】(4)さらに、有機酸を含有する前記第1 項~第3項の何れか1項記載の化粧品。

【0010】(5)有機酸がクエン酸、リンゴ酸、乳 酸、酢酸、コハク酸、およびリン酸から選ばれた1種以 10 和物 0.05重量%、硫酸亜鉛・7水和物 0.004重 上である前記第4項記載の化粧品。

【0011】(6) p H緩衝液を含有する前記第1項~ 第5項の何れか1項記載の化粧品。

【0012】 (7) p H緩衝液がクエン酸塩、クエン 酸、リンゴ酸、乳酸、酢酸、コハク酸、およびリン酸か ら選ばれた1種以上の酸とその塩からなる p H緩衝液で ある前記第6項記載の化粧品。

【0013】(8) εーポリリジンおよび/またはその 塩と、有機酸塩とを含有する化粧品保存料。

【0014】(9)有機酸塩がクエン酸塩、リンゴ酸 塩、乳酸塩、酢酸塩、コハク酸塩、およびリン酸塩から 選ばれた1種以上である前記第8項記載の化粧品保存 料。

【0015】(10)さらに、有機酸を含有する前記第 8項または第9項記載の化粧品保存料。

【0016】(11) 有機酸がクエン酸、リンゴ酸、 乳酸、酢酸、コハク酸、およびリン酸から選ばれた1種 以上である前記第10項記載の化粧品保存料。

[0017] (12)pH緩衝液を含有する前記第8 項~第11項の何れか1項記載の化粧品保存料。

[0018] (13)pH緩衝液がクエン酸塩、クエ ン酸、リンゴ酸、乳酸、酢酸、コハク酸、およびリン酸 から選ばれた1種以上の酸とその塩からなるpH緩衝液 である前記第12項記載の化粧品保存料。

[0019](14)さらに、界面活性剤および/ま たはアミノ酸を含有する前記第8項~第13項の何れか 1項記載の化粧品保存料。

【0020】(15) 界面活性剤が、グリセリンと炭 素数8~12の脂肪酸とのモノエステル、重合度2~9 のポリグリセリンと炭素数8~16の脂肪酸とのモノエ 40 割合は特に限定されるものではないが、該化粧品に対し ステルおよびジエステル、ショ糖と炭素数8~16の脂 肪酸とのモノエステルおよびジエステル、および、糖と 炭素数8~16の脂肪酸とのエーテル化物から選ばれた 1種以上である前記第14項記載の化粧品保存料。

【0021】(16) アミノ酸が、グリシンおよびア ラニンから選ばれた1種以上である前記第14項記載の 化粧品保存料。

【0022】(17) 前記第8項~第16項の何れか 1項記載の化粧品保存料を含有する化粧品。

[0023]

【発明の実施の形態】以下、本発明につき詳細に説明す る。本発明で用いられる ε ーポリリジンは何れの方法に よって得られたものであっても本発明に使用することが できるが、具体的には、特許第1245361号に記載 のストレプトマイセス・アルプラス・サブスピーシーズ ・リジノポリメラスを、その組成が、グルコース5重量 %、酵母エキス0.5重量%、硫酸アンモニウム1重量 %、リン酸水素ニカリウム 0. 08 重量%、リン酸二水 素カリウム0.136重量%、硫酸マグネシウム・7水 量%、および硫酸鉄・7水和物0.03重量%であり、 p H が 6. 8 に調整された培地にて培養し、得られた培

【0024】本発明において用いられるεーポリリジン は、遊離の $\epsilon$ ーポリリジンであってもよく、また、塩 酸、硫酸、およびリン酸などの無機酸とεーポリリジン とで形成されるεーポリリジンの無機酸塩や、酢酸、プ ロピオン酸、フマル酸、リンゴ酸、クエン酸、マレイン 酸、アジピン酸、グルコン酸、および乳酸などの有機酸 とεーポリリジンとで形成されるεーポリリジンの有機 酸塩や、

養物からεーポリリジンを分離・採取することによって

得られるεーポリリジンを挙げることができる。

【0025】カプロン酸、ラウリン酸、およびステアリ ン酸などの中鎖および長鎖の飽和脂肪酸と ε ーポリリジ ンとで形成される ε ーポリリジンの飽和脂肪酸塩や、オ レイン酸、リノール酸、およびアラキドン酸などの中鎖 および長鎖の不飽和脂肪酸と ε ーポリリジンとで形成さ れるεーポリリジンの不飽和脂肪酸塩であってもよい。 なおこれ以降、前述の各種酸と ε ーポリリジンとの塩、 30 および遊離のεーポリリジンを併せて「EPL」と記述

【0026】本発明の化粧品が含有するEPLの含有割 合は特に限定されるものではないが、該化粧品に対して 0.0001~5 重量%の範囲であることが好ましい。 【0027】本発明に使用する有機酸塩は特に限定され るものではないが、有機酸塩の中でもクエン酸塩、リン ゴ酸塩、乳酸塩、酢酸塩、コハク酸塩、およびリン酸塩 は、本発明において好ましく使用することができる。

【0028】本発明の化粧品が含有する有機酸塩の含有 て0.005~20重量%の範囲であることが好まし

【0029】本発明の化粧品は、ノニオン性界面活性 剤、両性界面活性剤、およびアニオン性界面活性剤から 選ばれた1種以上を含有するものであることが好まし

【0030】本発明に使用するノニオン性界面活性剤は 特に限定されるものではないが、例えば、グリセリン脂 肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、およびショ 50 糖脂肪酸エステルなどのエステル型ノニオン性界面活性

剤、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテルおよびポリオキシエチレンポリオキシプロピレンブロックポリマーなどのエーテル型ノニオン性界面活性剤、脂肪酸ポリエチレングリコールおよび脂肪酸ポリオキシエチレンソルビタンなどのエステルエーテル型ノニオン性界面活性剤、脂肪酸アルカノールアミドなどのアルカノールアミド型ノニオン性界面活性剤、およびラウリン酸グリコシドなどのアルキルグリコシド型ノニオン性界面活性剤などを挙げることができる。

【0031】本発明に使用する両性性界面活性剤は特に限定されるものではないが、化学合成により製造される両性界面活性剤、例えば、アルキルベタインおよび脂肪酸アミドプロピルベタインなどのベタイン型両性界面活性剤、2-アルキルーN-カルボキシメチルーN-ヒドロキシエチルイミダゾリニウムベタインなどのイミダゾリン型両性界面活性剤、アルキルジエチレントリアミノ酢酸などのグリシン型両性界面活性剤、およびアルキルアミンオキサイドなどのアミンオキサイド型両性界面活性剤などを挙げることができる。

【0032】また、この他にも、天然由来の両性界面活性剤、例えば、ホスファチジルコリン、リゾホスファチジルコリン、フォスファチジルエタノールアミン、フォスファチジルイノシトール、フォスファチジルグリセロール、フォスファチジン酸、ホスファチジルセリン、Nーアシルフォスファチジルエタノールアミン、スフィンゴミエリン、プラスマーロゲンなどのリン脂質、およびこれらの混合物であるダイズレシチン、卵黄レシチン、牛乳レシチンなどを挙げることができる。

【0033】本発明に使用するアニオン性界面活性剤は 30 特に限定されるものではないが、例えば、脂肪酸カリウ ム、脂肪酸ナトリウム、N-アシルサルコシン塩、N-アシルグルタミン酸塩、およびα-スルホ脂肪酸エステ ル塩などのカルボン酸塩型アニオン性界面活性剤、ジア ルキルスルホコハク酸塩、アルキルスルホン酸塩、αー オレフィンスルホン酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸 塩、アルキルナフタレンスルホン酸塩、およびN-メチ ルーNーアシルタウリン塩などのスルホン酸塩型アニオ ン性界面活性剤、アルキル硫酸エステル塩、ポリオキシ エチレンアルキルエーテル硫酸エステル塩、硫酸化油、 硫酸化脂肪酸エステル、および硫酸化オレフィンなどの 硫酸エステル塩型アニオン性界面活性剤、さらには、ポ リオキシエチレンアルキルフェニルエーテルリン酸塩な どのリン酸エステル型アニオン性界面活性剤などを挙げ ることができる。

【0034】本発明の化粧品における、ノニオン性界面活性剤、両性界面活性剤、およびアニオン性界面活性剤から選ばれた1種以上の含有割合は、特に限定されるものではないが、該化粧品に対して0.005~80重量%の範囲であることが好ましい。

【0035】本発明の化粧品にはさらに有機酸を添加することが好ましい。本発明に使用する有機酸は特に限定されるものではないが、有機酸の中でもクエン酸、リンゴ酸、乳酸、酢酸、コハク酸、およびリン酸は、本発明において好ましく使用することができる。

【0036】本発明の化粧品が含有する有機酸の含有割合は特に限定されるものではないが、該化粧品に対して0.005~20重量%の範囲であることが好ましい。【0037】本発明の化粧品はpH緩衝液を含有するものであることが好ましい。それによって、人間の皮膚のpH(pH5.4~6.2)に近いpH領域においても、高い防腐能力を発揮することができる。本発明に使用するpH緩衝液は特に限定されるものではないが、弱酸性物質一弱塩基性物質、弱酸性物質一弱塩基性物質、弱酸性物質一弱塩基物質より構成されるpH緩衝液であれば、何れのpH緩衝液も使用することができる。

【0038】特に、クエン酸、リンゴ酸、乳酸、酢酸、コハク酸、およびリン酸から選ばれた1種以上の酸とその塩とからなるpH緩衝液(クエン酸ークエン酸塩緩衝液、リンゴ酸ーリンゴ酸塩緩衝液、乳酸一乳酸塩緩衝液、酢酸一酢酸塩緩衝液など)は、化粧品に適用した場合の防腐能力、安全性、およびコストにおいて特に優れていることから、本発明に好ましく使用することができる。

【0039】本発明においては、事前に調整したpH緩 衝液を本発明の化粧品に添加してもよい。また、本発明 の化粧品に、該化粧品が含有する有機酸塩と緩衝液を形 成し得る有機酸水溶液を適当な割合で添加して、該化粧 品中でpH緩衝液を形成させてもよい。

【0040】本発明の化粧品が含有するpH緩衝液の含有割合は特に限定されるものではないが、該化粧品に対して0.005~99.9重量%の範囲であることが好ましい。

【0041】本発明の化粧品は、本発明の効果を損なわない範囲であれば、その目的により各種の化粧料原料を配合することができる。該化粧料原料としては、カチオン性界面活性剤、油分、および着色剤などの目的で配合される粉体を挙げることができるが、これらに限定されるものではない。

40 【 0 0 4 2 】カチオン性界面活性剤としては、例えば、 アルキルトリメチルアンモニウム塩、ジアルキルジメチ ルアンモニウム塩、アルキルピリジニウム塩、および塩 化ベンザルコニウムなどを挙げることができる。

【0043】油分としては、通常の化粧品に使用できるものであれば本発明に使用することができ、植物油としてはオリーブ油、ホホバ油、ヒマシ油、コメヌカ油、ヤシ油など、動物油としてはスクワラン、牛脂、ラノリンなど、合成油としてはシリコン油、ポリイソブテン、脂肪酸エステル、脂肪酸グリセリンなど、ロウとしてはミ50 ツロウ、モクロウ、キャンデリラロウ、カルナウバロウ

など、炭化水素としては流動パラフィン、セレシン、マ イクロクリスタリンワックス、ワセリンなど、高級アル コールとしてはセタノール、ステアリルアルコール、オ クチルドデカノールなど、高級脂肪酸としてはステアリ ン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、オレイン酸など、そ の他油分としてはシリコーン樹脂、シリコーンゴム、パ ーフルオロエーテルなどが挙げられる。

【0044】着色剤などの目的で配合される粉体として は、通常化粧品に使用されるもので、有機色素(青色1 号、緑色3号、、赤色202号、赤色227号、黄色、 4号などと、そのレーキ)、無機顔料(酸化鉄、酸化チ タン、酸化クロム、酸化亜鉛など)、体質顔料(セリサ イト、マイカ、タルク、ナイロンパウダー、セルロース パウダー、シリコンパウダー、ポリアクリル酸アルキ ル、リン酸カルシウム、窒化ホウ素など)、パール(酸 化チタン処理マイカ、酸化チタン. 酸化鉄処理マイカ、 酸化チタン、紺青処理マイカなど)、さらには、クロロ フィル、β-カロチンなどの天然色素があげられる。本 発明においては、本発明の効果を損なわない範囲であれ ば、これらの中から1種以上を選択して用いることがで 20 きる。

【0045】また、該粉体の疎水性向上、触媒活性低 下、および滑沢性向上を目的として、該粉体に表面処理 および/または複合化を行ってもよい。この表面処理、 複合化の際に用いられる物質としては、無水ケイ酸、酸 化チタン、ナイロン、ポリアクリル酸アルキル、フッ素 化合物、金属石鹸、油脂、および脂肪酸エステル類など が挙げられる。

【0046】系の安定性を損なわない範囲であれば、本 発明の化粧品に対して、上記成分のほかにガム質、ムコ 30 多糖類、植物抽出エキス、動物抽出エキス、天然水溶性 化合物およびびその誘導体、キレート剤、酸化防止剤、 保湿剤、低級アルコール、多価アルコール、香料、清涼 剂、p H調整剤、紫外線防止剤、美白剤、抗炎症剤、老 化防止剤、抗シミ剤、無機塩類、無機酸類、無機塩基 類、および糖質類などを配合してもよい。

【0047】さらに、本発明の化粧品には、本発明の効 果および安全性を損なわない範囲であれば、竹抽出物、 アリルカラシ油、プロタミン、茶抽出物、グレープフル ーツ種子抽出物、リゾチーム、キトサン、およびヒノキ 40 チオールなどの天然由来の抗菌物質や、EPLの抗菌効 果を補強する物質、例えば、グリシン、アラニンなどの アミノ酸などを添加してもよい。

【0048】本発明の化粧品の種類は特に限定されるも のではないが、固形石鹸、液体石鹸、洗顔フォーム、洗 顔ミルク、クレンジングジェル、クレンジングオイル、 シャンプー、ドライ・シャンプーなどの洗浄用化粧品、

【0049】ヘアリンス、ヘアコンディショナー、ヘア リキッド、ヘアトニック、スタイリングジェル、スタイ リングムース、パーマネントウェーブ用剤、染毛剤、ヘ 50 中でもクエン酸、リンゴ酸、乳酸、酢酸、コハク酸、お

アマニュウキュア、カラーリンスなどの頭髪化粧品、

【0050】バニシングクリーム、モイスチュアクリー ム、エモリエントクリーム、マッサージクリーム、美白 クリーム、アンチリンクルクリーム、ハンドクリーム、 乳液、化粧水、美容液、スキンローション、パックなど の基礎化粧品、

【0051】リキッドファンデーション、クリームファ ンデーション、パウダーファンデーション、フェィスパ ウダー、コンパクトフェィスパウダー、チーク、コンパ 10 クトチーク、コンパクトアイシャドウなどのメークアッ プ化粧品、

【0052】日焼け止めクリーム、サンスクリーン、サ ンオイルなどの日焼け・日焼け止め化粧品、

【0053】ベースコート、トップコート、ネイルエナ メル、ネイルハードなどの爪化粧品、

【0054】アイライナー、液状マスカラ、固形マスカ ラなどのアイライナー化粧品、

【0055】口紅、リップクリームなどの口唇化粧品、

【0056】歯磨料、洗口料などの口腔化粧品、

【0057】および、入浴剤、バスオイルなどの入浴用 化粧品などの化粧品が挙げられる。

【0058】本発明の化粧品は、化粧品の製造時にEP L、有機酸塩、界面活性剤、有機酸、p H緩衝液、およ びその他化粧品原料を配合して化粧品としてもよい。ま た、予め、EPL、有機酸塩、有機酸、pH緩衝液を配 合した保存料を作製しておき、その他の化粧品原料と該 保存料とを適宜配合して化粧品としてもよい。

【0059】次に、本発明のもう一つの発明である化粧 品保存料について詳細に説明する。本発明の化粧品保存 料に使用するEPLは何れの方法によって得られたもの であってもよいが、本発明の化粧品に使用するEPLを 同様に使用することができる。

【0060】本発明の化粧品保存料において、EPLの 含有割合は特に限定されるものではないが、該化粧品保 存料に対して0.0001~40重量%の範囲であるこ とが好ましい。

【0061】本発明の化粧品保存料は、EPLの他、有 機酸塩を含有する。本発明の化粧品保存料に使用する有 機酸塩は特に限定されるものではないが、有機酸塩の中 でもクエン酸塩、リンゴ酸塩、乳酸塩、酢酸塩、コハク 酸塩、およびリン酸塩は、本発明において好ましく使用 することができる。

【0062】本発明の化粧品保存料において有機酸塩の 含有割合は特に限定されるものではないが、該化粧品保 存料に対して0.0001~60重量%の範囲であるこ とが好ましい。

【0063】本発明の化粧品保存料にはさらに有機酸を 添加することが好ましい。本発明の化粧品保存料に使用 する有機酸は特に限定されるものではないが、有機酸の

よびリン酸が好ましく使用することができる。

į.

【0064】本発明の化粧品保存料において有機酸の含 有割合は特に限定されるものではないが、該化粧品保存 料に対して0.0001~60重量%の範囲であること が好ましい。

【0065】本発明の化粧品保存料はpH緩衝液を含有 するものであることが好ましい。本発明に使用する p H 緩衝液は特に限定されるものではないが、弱酸性物質ー 弱塩基性物質、弱酸性物質-強塩基性物質、強酸性物質 p H緩衝液も使用することができる。特に、クエン酸、 リンゴ酸、乳酸、酢酸、コハク酸、およびリン酸から選 ばれた1種以上の酸とその塩とからなるpH緩衝液(ク エン酸-クエン酸塩緩衝液、リンゴ酸-リンゴ酸塩緩衝. 液、乳酸-乳酸塩緩衝液、酢酸-酢酸塩緩衝液など) が、本発明に好ましく使用することができる。

【0066】本発明においては、事前に調整した p H 緩 衝液を本発明の化粧品保存料に添加してもよい。また、 本発明の化粧品保存料に、該化粧品保存料が含有する有 機酸塩と緩衝液を形成し得る有機酸水溶液を適当な割合 20 で添加して、該化粧品保存料中でpH緩衝液を形成させ てもよい。

【0067】本発明の化粧品保存料が含有するpH緩衝 液の含有割合は特に限定されるものではないが、該化粧 品保存料に対して0.01~99.9重量%の範囲であ ることが好ましい。

【0068】さらに、本発明の化粧品保存料において は、本発明の効果を損なわない範囲であれば、微生物生 育抑制効果を有する界面活性剤および/またはアミノ酸 を含有してもよい。

【0069】本発明の化粧品保存料における、界面活性 剤および/またはアミノ酸の含有割合は、該化粧品保存 料に対して0.0001~20重量%の範囲であること が好ましい。

【0070】該界面活性剤としては、グリセリンと炭素 数8~12の脂肪酸とのモノエステル、重合度2~9の ポリグリセリンと炭素数8~16の脂肪酸とのモノエス テルおよびジエステル、ショ糖と炭素数8~16の脂肪 酸とのモノエステルおよびジエステル、および、糖と炭 素数8~16の脂肪酸とのエーテル化物などを挙げるこ とができる。これらの界面活性剤は安全性および微生物 生育抑制効果に優れており、本発明の化粧品保存料に好 ましく使用することができる。

【0071】該アミノ酸としては、グリシン、アラニン などのアミノ酸を挙げることができる。これらのアミノ 酸は安全性および微生物生育抑制効果に優れており、本 発明の化粧品保存料に好ましく使用することができる。

【0072】本発明の化粧品保存料には、本発明の効果 および安全性を損なわない範囲であれば、竹抽出物、ア リルカラシ油、プロタミン、茶抽出物、グレープフルー 50 純薬株式会社製p-ヒドロキシ安息香酸メチル(以下、

ツ種子抽出物、リゾチーム、キトサン、およびヒノキチ オールなどの天然由来の抗菌物質を添加してもよい。 【0073】本発明の化粧品保存料は、液体状、ペース ト状、粉末状、フレーク状、ペレット状などの何れの形 状であってもよい。

【0074】液体状またはペースト状の本発明化粧品保 存料の製造方法は特に限定されるものではないが、水、 含水アルコール溶液、含水グリセリン溶液などの適当な 溶媒に対して、EPL、有機酸塩、有機酸、界面活性剤 -弱塩基物質より構成されるpH緩衝液であれば何れの 10 および/またはアミノ酸を、各々上記含有割合の範囲に て投入したのち、撹拌、均一化することにより得ること ができる。

> 【0075】粉末状の本発明化粧品保存料の製造方法は 特に限定されるものではないが、粉末状のEPL、粉末 状の有機酸塩、粉末状の有機酸、粉末状の界面活性剤お よび/または粉末状のアミノ酸を、各々上記含有割合の 範囲にて投入したのち、混合、均一化することにより得 ることができる。

【0076】また、本発明の効果および安全性を損なわ ない範囲であれば、必要に応じて、エリスリトール、ト レハロース、デンプン、セルロースなどの糖質類、酸価 マグネシウム、酸化チタン、タルク、ケイソウ土などの 無機物粉末、合成樹脂粉末などを増量剤として本発明の 化粧品保存料に添加してもよい。

【0077】フレーク状、ペレット状の本発明化粧品保 存料の製造方法は特に限定されるものではないが、粉末 状の本発明化粧品保存料を、加圧成形法、トロンメル成 形法、さら型造粒法、振動造粒法などの公知の方法にて 成形して得ることができる。

【0078】本発明の化粧品保存料はバクテリア、酵 母、カビなど広範な微生物に対して優れた生育抑制効果 を示す。このため、該化粧品保存料を化粧品に使用すれ ば、微生物による腐敗、劣化を受けにくい化粧品を得る ことができる。

【0079】本発明の化粧品保存料を含有する化粧品に おける、該化粧品保存料の含有割合は特に限定されるも のではないが、該化粧品に対して0.001~5重量% の範囲であることがこのましい。

【0080】本発明の化粧品保存料は、先述した各種洗 40 浄用化粧品、頭髮化粧品、基礎化粧品、メークアップ化 粧品、日焼け・日焼け止め化粧品、爪化粧品、アイライ ナー化粧品、口唇化粧品、口腔化粧品、および入浴用化 粧品の保存料として好適に使用できる。

#### [0081]

【実施例】以下、実施例を用いて本発明を詳細に説明す る。なお、以下の実施例における「%」は特に断りがな い限り「重量%」である。本実施例において εーポリリ ジン (Ε P L) はチッソ (株) 製εーポリリジン25% 水溶液を用いた。また、比較例においてパラベンは和光

「メチルパラベン」と記述する。)を用いた。

【0082】1. 化粧水1

1-1. 化粧水の作製1 (実施例1~4、比較例1~ 3)

表1に示した割合に従い、滅菌精製水、EPL、メチル パラベン、有機酸塩(クエン酸三ナトリウム、リンゴ酸 ニナトリウム、乳酸ナトリウム)、有機酸(クエン 酸)、ノニオン性界面活性剤(ピログルタミン酸イソス テアリン酸ポリオキシエチレングリセル、ポリオキシエ

チレン硬化ヒマシ油)、アニオン性物質(ヒアルロン酸 ナトリウム)、およびその他成分(1,3ブチレングリ コール、グリセリン、プロピレングリコール)とを混合 したのち、80℃に昇温、溶解し、撹拌しながら室温ま で冷却して化粧水(実施例1~4、比較例1~3)を得 た。

[0083]

【表 1 】

实施例	実施例 1	実施例2	実施例3	実施例4	比较例 1	比較例2	比較例3
EPL	0.01 %	0.01 %	0.01 %	0.01 %	0.02 %		
<i>メチルバラ</i> ペン						0.3 %	
クエン酸三ナトリウム	0.1 %			0.1 %			
927 酸二かり4		0.1 %					
乳酸ナリウム			0.1 %				
クエン酸				0.05 %			
ピ ログ あクミン酸イソステアリン 酸ポ リオキシエチレング リセル	1.5 %	1.5 %	1.5 %	1.5 %	1.5 %	1.5 %	1.5 %
≠"财钞环ルン硬化と7シ油	0.5 %	0.5 %	0.5 %	0.5 %	0.5 %	0.5 %	0.5 %
ヒアルロン配分トリウム	0.1 %	0.1 %	0.1 %	0.1 %	0.1 %	0.1 %	0.1 %
1,37゚ チレング リコール	4 %	4%	4 %	4 %	4 %	4 %	4 %
ク・リモリン	3%	3 %	3 %	3 %	3 %	3 %	3%
ブ ロピ レング リコール	3 %	3 %	3 %	3 %	3 %	3 %	3 %
イソステアリルアルコール	0.1 %	0.1 %	0.1 %	0.1 %	0.1 %	0.1 %	0.1 %
試菌精製水	87.69 %	87.69 %	87.69 %	87.64 %	87.78 %	87.5 %	87.8 %

### 【0084】1-2.安定性試験1 .

作製した化粧水の安定性試験を以下の方法により実施し 30 て試験菌を接種したのち、25℃の恒温器内に静置し た。実施例1~4および比較例1~3の各化粧水を30 ℃の恒温器内に90日間放置し、各化粧品の経時変化に ついて目視観察した。その結果を表2に示した。また、 評価基準は、〇;色相変化、沈殿、浮遊物が認められな い、×;色相変化、沈殿、浮遊物が認められる、の二段 階とした。

#### [0085]

#### 【表 2】

	目視結果					
	0日目	45日目	90日目			
実施例 1	0	0	0			
実施例2	0	0	0			
実施例3	0	0	0			
実施例4	0	0	0			
比較例1	×	×	×			
比較例2	0	0	0			
比較例3	0	0	0			

【0086】表2より明らかなように、本発明の実施例 1~4の化粧水は、比較例1~3の化粧水と比較して、 同等の安定性を有していることがわかる。

【0087】1-3. 保存性試験1

た。実施例1~4および比較例1~3の各化粧水に対し た。静置後1日目、3日目、7日目、14日目、21日 目、28日目の各化粧水1g(1mL)中の生菌数を標 準寒天培地法により測定し、検出される生菌数が10個 / g以下となるまでの日数を防腐効果の指標とした。そ の結果を表3に示した。なお、試験菌の種類および調製 方法は下記の通り。

【0088】試験菌:カンジダ アルビカンス (Can dida albicans (ATCC 1023 1))

40 調製方法:ポテトデキストロースブイヨン培地を用い て、25℃、48時間前培養した試験菌を、滅菌生理食 塩水に10°個/mLの濃度になるように懸濁して試験 菌液を得た。得られた試験菌液を、化粧水10g(10 mL) に対して 0. 1 m L 接種し混合した。

【0089】試験菌:アスペルギルス ニガー (Asp ergillus niger (ATCC 160 4))

調製方法:ポテトデキストロース寒天培地を用いて、2 5℃、14日間培養した試験菌の胞子を、ポリソルベー 作製した化粧水の保存性試験は以下の方法により実施し 50 ト80を0.05%加えた滅菌生理食塩水に10°個/

m L の 濃度になるように 懸濁して試験菌液を得た。 得ら れた試験菌液を、化粧水10g(10mL)に対して 0. 1 m L 接種し混合した。

【0090】試験菌:エスケリチア コリ (Esche richia coli (ATCC8739))

調製方法:普通ブイヨン培地を用いて、30℃、24時 間前培養した試験菌を、滅菌生理食塩水に10<sup>7</sup>個/m Lの濃度になるように懸濁して試験菌液を得た。得られ た試験菌液を、化粧水10g(10mL)に対して0. 1mL接種し混合した。

【0091】試験菌:シュードモナス アエルギノサ (Pseudomonas aeruginosa (A TCC 9027))

調製方法:普通ブイヨン培地用いて、30℃、24時間

前培養した試験菌を、滅菌生理食塩水に10<sup>7</sup>個/mL の濃度になるように懸濁して試験菌液を得た。得られた 試験菌液を、化粧水10g(10mL)に対して0.1 mL接種し混合した。

【0092】試験菌:スタフィロコッカス アウレウス (Staphylococus aureus (ATC C 6538))

調製方法:普通ブイヨン培地用いて、30℃、24時間 前培養した試験菌を、滅菌生理食塩水に10<sup>7</sup>個/mL 10 の濃度になるように懸濁して試験菌液を得た。得られた 試験菌液を、化粧水10g(10mL)に対して0.1 mL接種し混合した。

[0093]

【表3】

	検出される生菌数が10個/g以下となるまでの日数					
	C.albicans	A.niger	E.coli	P.aeruginosa	S.aureus	
実施例1	3	7	1	1	1	
実施例2	7	1 4	3	3	1	
実施例3	7	7	3	3	1	
実施例4	3	7	1	1	1	
比較例1	1 4	>28	1 4	14	7	
比較例2	1 4	1 4	21	>28	1 4	
比較例3	>28	>28	>28	>28	>28	

C. albicans: カンジダ アルビカンス (Candida albicans (ATCC 10231))

A. niger:アスペルギルス ニガー (Aspergil lus niger (ATCC 1604))

E. coli: エスケリチア コリ (Escherichia coli (ATCC8739))

P. aeruginosa:シュードモナス アエルギノサ (Pse udomonas aeruginosa (ATCC

S. aureus: スタフィロコッカス アウレウス (Stap hylococus aureus (ATCC 653

【0094】表3より明らかなように、本発明の実施例 1~4の化粧水は、比較例1~2の化粧水と比較して、 ノニオン性界面活性剤およびアニオン性物質が配合され ていても本保存性試験に用いた全ての試験菌に対して防 腐効果が高いことがわかる。

【0095】1-4.皮膚刺激性試験1

刺激を感じやすいパネラー20人の下腕部内側に塗布 し、感じた刺激について自己申告させた。その結果を表 4に示した。また、評価基準は、一;刺激を感じない、 ±;やや刺激を感じる、+;明らかに刺激を感じる、+ +;非常に刺激を感じる、の四段階とした。

[0096]

【表4】

	皮膚刺激性(パネラー人数)						
	_	±	+	++			
実施例 1	18	2	0	0			
実施例 2	18	2	0	0			
実施例3	17	3	0	0			
実施例 4	18	2	0	0			
比較例 1	18	2	0	0			
比較例 2	8	7	3	2			
比較例3	18	2	٥	0			

【0097】表4より明らかなように、本発明の実施例 1~4の化粧水は、比較例2の化粧水と比較して皮膚刺 激性が低いことがわかる。

【0098】2. 乳液1

2-1. 乳液1の作製 (実施例5~8、比較例4~6) 表5に示した割合に従い、滅菌精製水、EPL、メチル パラベン、有機酸塩(クエン酸三ナトリウム、リンゴ酸 二ナトリウム、乳酸ナトリウム)、有機酸(クエン 酸)、リン脂質(水素添加ダイズリン脂質)、造粘多糖 類(キサンタンガム)、およびその他成分(ベヘニルア 実施例1~4および比較例1~3の各化粧水を敏感肌で 40 ルコール、流動パラフィン、1, 3ブチレングリコー ル、スクワラン)とを混合したのち、80℃に昇温、溶 解し、撹拌しながら室温まで冷却して乳液 (実施例5~ 8、比較例4~6)を得た。

[0099]

【表 5】

卖施例	実施例5	実施例 6	実施例7	実施例8	比較例4	比較例5	比较例6
EPL	0.015 %	0.015 %	0.015 %	0.015 %	0.03 %		
351M" 7A" >						0.6 %	
クエン酸三ナトリウム	0.2 %			0.2 %			
タンゴ酸二ナトタウム		0.2 %					
乳酸ナトワウム			0:2 %				
から				0.1 %			
水素添加ダイス゚レシチン	0.8 %	0.6 %	0.6 %	0.6 %	0.6 %	0.6 %	0.6 %
キサンタンカ。ム	0.05 %	0.05 %	0.05 %	0.05 %	0.05 %	0.05 %	0.05 %
ペ ヘニルフルコール	1 %	1 %	1 %	1 %	1 %	1 %	1%
ペ"ンプステアリン酸デ"カク" りしル	0.76 %	0.76 %	0.78 %	0.78 %	0.78 %	0.76 %	0.76 %
流動べラフィン	10 %	10 %	10 %	10 %	10 %	10 %	10 %
1,37* チレング* リコール	5 %	5 %	5%	5 %	5%	5 %	5%
スクワテン	2 %	2 %	2%	2 %	2 %	2 %	2%
滅菌精製水	80.375%	80.375%	80.375%	80.275%	80.56 %	79.99 %	80.59 %

### 【0100】2-2. 安定性試験2

実施例9~12および比較例7~9の各乳液について、 先述の「1-2. 安定性試験1」に記載の方法に準じて 安定性試験を行った。その結果を表6に示した。また、 評価基準は、〇;色相変化、沈殿、浮遊物が認められな い、×;色相変化、沈殿、浮遊物が認められる、の二段 階とした。

### [0101]

#### 【表 6】

	目視結果					
	0日目	45日目	90日目			
実施例5	0	0	0			
実施例6	0	0	0			
実施例7	0	0	0			
実施例8	0	0	0			
比較例4	×	×	×			
比較例5	0	0	0			
比較例6	0	0	0			

【0102】表6より明らかなように、本発明の実施例 5~8の乳液は、比較例4~6の乳液と比較して、同等 以上の安定性を有していることがわかる。

【0103】2-3. 保存性試験2

実施例5~8および比較例4~6の各乳液について、先 述の「1-3. 保存性試験1」に記載の方法に準じて保 存性試験を行った。その結果を表7に示した。

[0104]

【表7】

	検	検出される生菌数が10個/g以下となるまでの日数					
	C.albicans	A.niger	E.cali	P.aeruginosa	S.aureus		
実施例5	7	1 4	3	1	1		
実施例6	14	1 4	3	3	1		
実施例7	7	1 4	3	3	1		
実施例8	3	1 4	1	1	1		
比較例4	>28	>28	>28	28	28		
比較例5	14	>28	2 1	2 1	1 4		
比較例6	>28	>28	>28	>28	>28		

C. albicans: カンジダ アルビカンス (Candida albicans (ATCC 10231))

A. niger:アスペルギルス ニガー (Aspergil lus niger (ATCC 1604))

E.coli:エスケリチア コリ (Escherichia

coli (ATCC8739))

udomonas aeruginosa (ATCC 9027))

S. aureus: スタフィロコッカス アウレウス (Stap hylococus aureus (ATCC 653 8))

【0105】表7より明らかなように、本発明の実施例 P. aeruginosa:シュードモナス アエルギノサ (Pse 50 5~8の乳液は、比較例4~6の乳液と比較して、リン

脂質および造粘多糖類が配合されていても本保存性試験 に用いた全ての試験菌に対して防腐効果が高いことがわ かる。

#### 【0106】2-4.皮膚刺激性試験2

実施例  $5 \sim 8$  および比較例  $4 \sim 6$  の各乳液について、先述の「1-4. 皮膚刺激性試験 1 」に記載の方法に準じて皮膚刺激性試験を行った。その結果を表 8 に示した。また、評価基準は、-;刺激を感じない、 $\pm$ ;やや刺激を感じる、+; 明らかに刺激を感じる、++; 非常に刺激を感じる、0 の四段階とした。

#### [0107]

#### 【表8】

	皮膚刺激性(パネラー人数)						
	_	±	+	++			
実施例5	18	2	0	0			
実施例6	18	2	0	0			
実施例7	18	2	0	0			
実施例8	18	2	0	0			
比較例4	18	2	0	0			
比較例5	8	7	3	2			
比較例6	18	1	1	0			

【0108】表8より明らかなように、本発明の実施例 5~8の乳液は、比較例5の乳液と比較して皮膚刺激性が低いことがわかる。

【0109】3. クリーム1

3-1. クリームの作製1 (実施例9~12および比較例7~9)

表9に示した割合に従い、滅菌精製水、EPL、メチル パラベン、有機酸塩(クエン酸三ナトリウム、リンゴ酸 ニナトリウム、乳酸ナトリウム)、有機酸(クエン

10 酸)、ノニオン性界面活性剤(モノステアリン酸ポリオキシエチレン(40)グリコール)、およびその他成分(ステアリン酸、セタノール、精製ラノリン、ミリスチン酸イソプロピル、トリエタノールアミン、ソルビトール)とを混合したのち、80℃に昇温、溶解し、撹拌しながら室温まで冷却してクリーム(実施例9~12および比較例7~9)を得た。

[0110]

【表 9】

实施例	実施例 9	実施例 1 O	実施例 1 1	実施例 1 2	比较例7	比較例8	比較例9
EPL	0.05 %	0.05 %	0.05 %	0.05 %	0.1 %	<b>P</b>	
メチルバ ラヘ"ン						0.8 %	
ケエン酸三ナトタウム	0.25 %			0.25 %			
りンコ・酸ニナドリウム		0.25 %	·				
乳酸ナトリウム			0.25 %				
クエン酸				0.13 %			
モノステアリン酸木 りなキシエチレン (20)か りコール	3 %	3 %	3 %	3 %	3 %	3 %	3 %
ステフタン配	10 %	10 %	10 %	10 %	10 %	10 %	10 %
₹9./~\$	2 %	2%	2 %	2%	2 %	2%	2%
精製ラノワン	1 %	1 %	1 %	1%	1 %	1 %	1%
ミリスチン酸イソフ。ロヒ。ル	1 %	1 %	1 %	1 %	1 %	1 %	1 %
トリエタノールフミン	1 %	1 %	1%	1 %	1 %	1 %	1 %
yst" i-a	70 %	70 %	70 %	70 %	70 %	70 %	70 %
滅菌精製水	11.7 %	11.7 %	11.7 %	11.57 %	11.9 %	11.2 %	12 %

40

#### 【0111】3-2. 安定性試験3

実施例  $9 \sim 12$  および比較例  $7 \sim 9$  の各クリームについて、先述の「1-2. 安定性試験 1」に記載の方法に準じて安定性試験を行った。その結果を表 10 に示した。また、評価基準は、O;色相変化、離水が認められない、X;色相変化、離水が認められる、の二段階とした。

[0112]

【表10】

	目視結果					
	0日目 45日目 90日					
実施例 9	0	0	0			
実施例10	0	0	0			
実施例11	0	0	0			
実施例12	0	0	0			
比較例7	0	0	0			
比較例8	0	0	0			
比較例9	0	0	0			

【0113】表10より明らかなように、本発明の実施例9~12のクリームは、比較例7~9のクリームと比較して、同等の安定性を有していることがわかる。

50 【0114】3-3. 保存性試験3

実施例9~12および比較例7~9の各クリームについ て、先述の「1-3. 保存性試験1」に記載の方法に準 じて保存性試験を行った。その結果を表11に示した。

[0115] 【表11】

	検	検出される生菌数が10個/g以下となるまでの日数					
•	C.albicans	A.niger	E.coli	P.aeruginosa	S.aureus		
実施例9	7	1 4	7	3	1		
実施例10	1 4	1 4	7	3	1		
実施例11	1 4	1 4	7	3	11		
実施例12	7	1 4	3	1	1		
比較例7	>28	>28	2 1	28	1 4		
比較例8	28	2 1	2 1	>28	>28		
比較例9	>28	>28	>28	>28	>28		

C. albicans: カンジダ アルビカンス (Candida albicans (ATCC 10231))

A. niger:アスペルギルス ニガー (Aspergil lus niger (ATCC 1604))

E.coli:エスケリチア コリ (Escherichia coli (ATCC8739))

P. aeruginosa:シュードモナス アエルギノサ (Pse udomonas aeruginosa (ATCC 9027))

S. aureus: スタフィロコッカス アウレウス (Stap 20 hylococus aureus (ATCC 653

【0116】表11より明らかなように、本発明の実施 例9~12のクリームは、比較例7~9のクリームと比 較して、ノニオン性界面活性剤が配合されていても本保 存性試験に用いた全ての試験菌に対して防腐効果が高い ことがわかる。

【0117】3-4. 皮膚刺激性試験3

実施例9~12および比較例7~9の各クリームについ に準じて皮膚刺激性試験を行った。その結果を表12に 示した。また、評価基準は、一;刺激を感じない、生; やや刺激を感じる、+;明らかに刺激を感じる、++; 非常に刺激を感じる、の四段階とした。

[0118]

【表12】

	皮膚刺激性(パネラー人数)					
	_	±	+	++		
実施例 9	18	2	0	0		
実施例10	19	1	0	0		
実施例 1 1	18	2	0	0		
実施例12	18	2	0	0		
比較例7	20	0	0	0		
比較例8	9	9	1	1		
比較例 9	1 9	1	0	0		

【0119】表12より明らかなように、本発明の実施 例9~12のクリームは、比較例8のクリームと比較し て皮膚刺激性が低いことがわかる。

【0120】4. シャンプー1

4-1. シャンプーの作製1 (実施例13~16および 比較例10~12)表13に示した割合に従い、滅菌精 製水、EPL、メチルパラベン、有機酸塩(クエン酸三 ナトリウム、リンゴ酸二ナトリウム、乳酸ナトリウ ム)、有機酸(クエン酸)、アニオン性界面活性剤(ラ ウリル硫酸トリエタノールアミン、ポリオキシエチレン ラウリルエーテル硫酸ナトリウム・3エチレンオキサイ ド付加物)、ノニオン性界面活性剤(ヤシ油脂肪酸ジエ て、先述の「1-4.皮膚刺激性試験1」に記載の方法 30 タノールアミド)、およびその他成分(プロピレングリ コール)とを混合したのち、80℃に昇温、溶解し、撹 拌しながら室温まで冷却してシャンプー (実施例13~ 16および比較例10~12)を得た。

[0121]

【表13】

実施例	实施例 13	<b>奥施例</b>	実施例 15	実施例 16	比較例 10	比較例 1 1	比較例 12
EPL	0.03 %	0.03 %	0.03 %	0.03 %	0.06 %		
メチルハ" ラヘ"ン						0.6 %	
クエン酸三ナトリウム	2 %			2 %			
リンゴ設二計炒ム		2 %					
乳酸ナトリウム			2 %				
クエン酸				0.5 %			
うりいな酸トリエナノートアミン	6%	6%	6%	6%	6 %	6%	6%
ポリナキシエチレンラウリルエーテル 硫酸ナトリウム・3EO付加物	3%	3 %	3 %	3 %	3 %	3%	3 %
ヤン油シ。エタノールフミト。	5%	5%	5%	5 %	5 %	5%	5%
プ <sup>*</sup> ロと <sup>*</sup> レング <sup>*</sup> リコール	5%	5%	5 % ·	5 %	5 %	5 %	5%
滅菌精製水	78.97 %	78.97 %	78.97 %	78.47 %	80.94 %	80.4 %	81 %

### 【0122】4-2. 安定性試験4

実施例13~16および比較例10~12の各シャンプーについて、先述の「1-2. 安定性試験1」に記載の方法に準じて安定性試験を行った。その結果を表14に 20示した。また、評価基準は、〇;色相変化、沈殿、浮遊物が認められない、×;色相変化、沈殿、浮遊物が認められる、の二段階とした。

[0123]

#### 【表14】

	目視結果						
	〇日目	45日目	90日目				
実施例13	0	0	0				
実施例14	0	0	0				
実施例15	0	Ö	0				
実施例16	0	0	0				
比較例10	×	×	×				
上較例11	0	0	0				
比較例12	. 0	0	0				

【0124】表14より明らかなように、本発明の実施例13~16のシャンプーは、比較例10~12のシャンプーと比較して、同等以上の安定性を有していることがわかる。

#### 【0125】4-3. 保存性試験4

実施例 $13\sim16$ および比較例 $10\sim12$ の各シャンプーについて、先述の「1-3. 保存性試験1」に記載の方法に準じて保存性試験を行った。その結果を表15に示した。

【0126】 【表15】

	検出される生菌数が10個/g以下となるまでの日数									
	C.albicans	A.niger	E.cali	P.aeruginosa	S.aureus					
実施例13	7	3	1	3	1					
実施例14	7	3	1	3	1					
実施例 1 5	7	3	1	3	1					
実施例16	7	3	1	3	1					
比較例10	14	3	1	28<	1					
比較例11	7	3	1	28<	1					
比較例12	14	3	1	28<	1					

C. albicans: カンジダ アルビカンス (Candida 40 8))

albicans (ATCC 10231))

A.niger:アスペルギルス ニガー (Aspergil lus niger (ATCC 1604))

E. coli: エスケリチア コリ (Escherichia coli (ATCC8739))

P. aeruginosa: シュードモナス アエルギノサ (Pseudomonas aeruginosa (ATCC 9027))

S. aureus: スタフィロコッカス アウレウス (Stap

【0127】表15より明らかなように、本発明の実施例13~16のシャンプーは、比較例10~12のシャンプーと比較して、アニオン性界面活性剤およびノニオン性界面活性剤が存在していても、カンジダ アルビカンス (Candida albicans)、およびシュードモナス アエルギノサ (Pseudomonasaeruginosa) に対する防腐効果が高いことがわかる。

【0128】4-4. 皮膚刺激性試験4

hylococus aureus (ATCC 653 50 実施例13~16および比較例10~12の各シャンプ

ーについて、先述の「1-4. 皮膚刺激性試験 1」に記載の方法に準じて皮膚刺激性試験を行った。その結果を表 16に示した。また、評価基準は、-;刺激を感じない、 $\pm$ ;やや刺激を感じる、+;明らかに刺激を感じる、++;非常に刺激を感じる、の四段階とした。

[0129]

【表16】

	皮膚刺激性(パネラー人数)							
	1	±	+	++				
実施例13	15	4	1	0				
実施例14	15	3	2	0				
実施例15	15	4	1	0				
実施例16	15	3	2	0				
比較例10	15	3	2	0				
比較例11	7	4	6	3				
比較例12	1 4	4	2	0				

【0130】表16より明らかなように、本発明の実施例13~16のシャンプーは、比較例11のシャンプーと比較して、皮膚刺激性が低いことがわかる。

【0131】5. 化粧品保存料

5-1. 化粧品保存料の作製 (実施例13~18) 表17に示した配合割合に従い各々の成分を混合したの ち、均一に溶解して実施例13~18の化粧品保存料を 作製した。

[0132]

10 【表17】

実施例	実施例	実施例	実施例	実施例	実施例	実施例
2000.	13	1 4	1.5	16	17	18
EPL.	0.5 %	0.5 %	0.5 %	0.5 %	0.5 %	0.5 %
クエン酸三ナトタウム	5 %		_	5 %	5 %	5%
リンプ・酸二汁りが		5 %				
乳酸ナトリウム・50%溶液			10 %			
りひ酸				2.5 %		
グ りもりンモノカブ レート					1 %	
7' 950						5 %
滅菌精製水	94.5 %	94.5%	89.5 %	92 %	93.5 %	89.5 %

【0133】実施例13~18で作製した化粧品保存料を添加した化粧品(化粧水、乳液、クリーム、シャンプー)を、以下に示した方法に従って作製した。

【0134】6. 化粧水2

6-1. 化粧水の作製2 (実施例19~24および比較例13~15)

表18に示した割合に従い、滅菌精製水、化粧品保存料 (実施例13~18の化粧品保存料、メチルパラベン)、ノニオン性界面活性剤(ピログルタミン酸イソス 30 テアリン酸ポリオキシエチレングリセル、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油)、およびその他成分(1,3ブチレングリコール、グリセリン、プロピレングリコール)とを混合したのち、80 Cに昇温、溶解し、撹拌しながら室温まで冷却して化粧水(実施例19~24 および比較例13~15)を得た。

[0135]

【表18】

実施例	実施例 19	実施例 20	実施例 2 1	実施例 2.2	実施例 23	実施例 2 4	比較例 13	比較例 14	止較例 15
実施例13の 化粧品保存料	2 %	·							
実施例14の 化粧品保存料		2 %							
実施例15の 化粧品保存料			2 %						
実施例18の 化粧品保存料				2 %					
実施例17の 化粧品保存料					2 %				
実施例18の 化粧品保存料						2%			
EPL							0.02 %		
メチルハ・ラヘ・ン	0							0.3 %	
ピログ ルタミン酸イソステアリン酸 本 リオキシェチレング リセル	1.5 %	1.5 %	1.5 %	1.5 %	1.5 %	1.5 %	1.5 %	1.5 %	1.5 %
ポリオキシエチレン硬化ヒマシ紬	0.5 %	0.5 %	0.5 %	0.5 %	0.5 %	0.5 %	0.5 %	0.5 %	0.5 %
1,8プ・チレンク・リコール	4 %	4 %	4 %	4 %	4 %	4 %	4 %	4 %	4 %
ク・リセリン	3 %	3 %	3 %	3 %	3 %	3 %	3 %	3%	3%
プロピレンウ゚リコール	3 %	3 %	3 %	3 %	3 %	3%	3 %	3%	3 %
イソステアリレフルコール	0.1 %	0.1 %	0.1 %	0.1 %	0.1 %	0.1 %	0.1 %	0.1 %	0.1 %
滅菌精製水	85.9 %	85.9 %	85.9 %	85.9 %	85.9 %	85.9 %	87.88%	87.6 %	87.9 %

### 【0136】6-2. 安定性試験5

実施例19~24および比較例13~15の各化粧水に に準じて安定性試験を行った。その結果を表19に示し た。また、評価基準は、〇;色相変化、沈殿、浮遊物が 認められない、×;色相変化、沈殿、浮遊物が認められ る、の二段階とした。

[0137]

【表19】

		目視結果						
	0日目	45日目	90日目					
実施例19	0	0	0					
実施例20	0	0	0					
_ 実施例21	0	0	0					
実施例22	0	0	0					
実施例23	0	0	0					
実施例24	0	0	0					
比較例13	0	0	0					
比較例14	0	0	0					
比較例15	0	0	0					

【0138】表19より明らかなように、本発明の実施 例13~18の化粧品保存料を各々配合して作製した実 ついて、先述の「1-2. 安定性試験1」に記載の方法 30 施例19~24の化粧水は、比較例13~15の化粧水 と比較して、同等の安定性を有していることがわかる。

【0139】6-3. 保存性試験5

実施例19~24および比較例13~15の各化粧水に ついて、先述の「1-3. 保存性試験1」に記載の方法 に準じて保存性試験を行った。その結果を表20に示し た。

[0140]

【表20】

	検出される生菌数が10個/g以下となるまでの日数								
	_C.albicans	A.niger	E.coli	P.aeruginosa	S.aureus				
実施例19	3	7	1	1	1				
実施例2 O	7	7	1	3	1				
実施例21	7	7	1	3	1				
実施例22	3	3	1	1	1				
実施例23	1	1	1	1	1				
実施例24	1	3	1	1	1				
比較例13	1 4	21	1 4	14	7				
比較例14	1 4	21	28	>28	1 4				
比較例15	>28	>28	>28	>28	> 2 8				

C.albicans: カンジダ アルビカンス (Candida 10 albicans (ATCC 10231))

A.niger:アスペルギルス ニガー (Aspergil lus niger (ATCC 1604))

E. coli: エスケリチア コリ (Escherichia coli (ATCC 8739))

P.aeruginosa:シュードモナス アエルギノサ (Pseudomonas aeruginosa (ATCC 9027))

S.aureus:スタフィロコッカス アウレウス (Staphylococus aureus (ATCC 6538))

【0141】表20より明らかなように、本発明の実施例13~18の化粧品保存料を各々配合して作製した実施例19~24の化粧水は、比較例13~15の化粧水と比較して、ノニオン性界面活性剤が配合されていても本保存性試験に用いた全ての試験菌に対して防腐効果が高いことがわかる。

【0142】6-4.皮膚刺激性試験5

実施例19~24および比較例13~15の各化粧水について、先述の「1-4.皮膚刺激性試験1」に記載の30方法に準じて皮膚刺激性試験を行った。その結果を表21に示した。また、評価基準は、-;刺激を感じない、±;やや刺激を感じる、+;明らかに刺激を感じる、++;非常に刺激を感じる、の四段階とした。

[0143]

【表21】

	皮膚刺激性(パネラー人数)							
	. –	±	+	++				
実施例19	17	3	0	0				
実施例20	18	2	0	0				
実施例21	18	2	0	0				
実施例22	16	4	0	0				
実施例23	18	2	0	0				
実施例2 4	18	2	0	0				
比較例13	18	2	0	0				
比較例14	8	7	3	2				
比較例15	18	2	0	0				

【0144】表21より明らかなように、本発明の実施20 例13~18の化粧品保存料を各々配合して作製した実施例19~24の化粧水は、比較例14の化粧水と比較して皮膚刺激性が低いことがわかる。

【0145】7. 化粧水3

7-1. 化粧水の作製3 (実施例25~30および比較例16~18)

表22に示した割合に従い、滅菌精製水、化粧品保存料 (実施例13~18の化粧品保存料、メチルパラベン)、アニオン性物質であるヒアルロン酸ナトリウム、 Dーソルビット液 (日研科学 (株)、ソルピトール S)、エラスチン液 ((株)高研、加水分解エラスチン液)、シソエキス (一丸フアルコス (株)、フアルコレックス シソHB)とを混合、撹拌、溶解して化粧水 (実施例25~30および比較例16~18)を得た。【0146】

【表22】

夾牌例	実質例 25	実施例 26	実施例 27	実施例 2.8	実施例 29	安族例 30	比較例 16	比較例 17	比較例 18
実施例13の 化粧品保存料	1 %			i					
実施例14の 化粧品保存料		1 %							
実施例15の 化粧品保存料			1 %						
実施例16の 化粧品保存料				1 %					
実施例17の 化粧品保存料					1 %				
実施例18の 化粧品保存料						1 %			
EPL							0.005%		
J\$\$45°50°5								0.3 %	
とアルロン配ナトリウム	0.1 %	0.1 %	0.1%	0.1 %	0.1 %	0.1%	0.1 %	0.1 %	0.1 %
D-YM* 7h液	2.5 %	2.5 %	2.5 %	25%	2.5 %	2.5 %	2.5 %	2.5 %	25%
エラスチン液	1 %	1 %	1 %	1 %	1%	1 %	1 %	1%	1%
シケエキス	0.1 %	0.1 %	0.1 %	0.1 %	0.1 %	0.1 %	0.1 %	0.1 %	0.1%
波並箝製水	95.3 %	95.3 %	95.3 <b>%</b>	85.3 %	95.3 %	95.3 %	98.295 %	98 %	96.3 %

### 【0.147】7-2. 濁度の測定

実施例25~30および比較例16~18の各化粧水に 20 ついて、660nmの濁度を測定した。濁度測定は濁度計(東京光電(株)製、ANA-148)を用い、カオリン濁度100標準液(和光鈍薬工業(株)製)を10

倍希釈したカオリン濁度10標準液を標準液として測定 した。測定結果を表23に示した。

[0148]

【表23】

	濁 度	(%)
	濁度	目視による透明性の判定
実施例25	0. 12	無色透明
実施例26	0. 13	無色透明
実施例27	0. 13	無色透明
実施例28	0. 09	無色透明
実施例29	0. 17	無色透明
実施例30	0. 13	無色透明
比較例16	1 4 5. 0	白濁
比較例17	0. 13	無色透明
比較例18	0. 12	無色透明

【0149】表23より明らかなように、本発明の実施例13~18の化粧品保存料を各々配合して作製した実施例25~30の化粧水は、比較例16の化粧水と比較して透明性が高く、アニオン性物質が存在していても透明性を維持していることがわかる。

#### 【0150】7-3. 安定性試験6

実施例25~30および比較例16~18の各化粧水を30℃の恒温器内に放置して、濁度の経時変化を確認し40た。濁度測定は、先述の「7-2. 濁度測定」に記載の方法に準じて行った。結果を表24に示した。

[0151]

【表24】

		濁 度 (%)						
	30日目	60日目	90日目					
実施例25	0.12	0.13	0.12					
実施例26	0. 15	0, 16	0. 14					
実施例27	0. 12	0.12	0. 14					
実施例28	0. 11	0.12	0. 11					
実施例29	0.13	0.15	0. 14					
実施例30	0. 15	0.15	0. 14					
比較例16	152.0	172.0	168.0					
比較例17	0. 15	0.14	0. 18					
比較例18	0.12	25.2	40.5					

【0152】表24より明らかなように、本発明の実施例13~18の化粧品保存料を各々配合して作製した実施例25~30の化粧水は90日を経過しても透明性を維持し、安定であることがわかる。

【0153】7-4. 保存性試験6

実施例 $25\sim30$  および比較例 $16\sim18$  の各化粧水に対して、グラム陰性菌の一種であるエンテロバクター属菌を $1.0\times10^3$  個/mLとなるように接種し、30

50 ℃恒温器内に放置し、48時間、96時間、168時

32

間、336時間、720時間後の各化粧水1g(1m 【0154】 L)中の生菌数を標準寒天培地法により測定した。結果 【表25】 を表25に示した。

	エンテロバクター属菌生菌数(個/mL)							
	48時間	96時間	168時間	336時間	720時間			
実施例25	< 10	< 10	<10	<10	<10			
実施例26	< 10	< 10	<10	<10	<10			
実施例27	< 10	< 10	<10	<10	<10			
実施例28	<10	<10	<10	<10	<10			
実施例29	< 10	< 10	<10	<10	<10			
実施例30	< 10	<10	<10	<10	<10			
比較例16	1. 2 × 10 <sup>3</sup>	9.3×10 <sup>3</sup>	5. 5 × 10 <sup>3</sup>	6. 4 × 10 <sup>3</sup>	$1.9 \times 10^{3}$			
比較例17	1. 3 × 10 <sup>3</sup>	$3.2 \times 10^3$	5. 5 × 10 <sup>3</sup>	1. 2 × 10 <sup>4</sup>	9.8×10 <sup>3</sup>			
比較例18	3.8×108	2.9×10 <sup>7</sup>	1. 6 × 10 <sup>7</sup>	4. 7 × 10 <sup>6</sup>	3. 5 × 10 <sup>5</sup>			

【0155】表25より明らかなように、本発明の実施例13~18の化粧品保存料を各々配合して作製した実施例25~30の化粧水は、比較例16~18の化粧水と比較してエンテロバクター属菌に対する防腐効果が高く、ヒアルロン酸ナトリウムのようなアニオン性物質が存在していても防腐効果が高いことがわかる。

【0156】8. 乳液2

8-1. 乳液の作製 2 (実施例 3 1 ~ 3 6 および比較例 20 1 9~2 1)

表26に示した割合に従い、滅菌精製水、化粧品保存料

(実施例13~18の化粧品保存料、メチルパラベン)、造粘多糖類(キサンタンガム)、およびその他成分(ベヘニルアルコール、ペンタステアリン酸デカグリセル、ステアロイル乳酸ナトリウム、流動パラフィン、1、3ブチレングリコール、スクワラン)とを混合したのち、80℃に昇温、溶解し、撹拌しながら室温まで冷却して乳液(実施例31~36および比較例19~2

を得た。
1)を得た。

[表26]

実施例	実施例 3 1	実施例 3 2	実施例 33	実施例 3 4	実施例 35	実施例 3.6	比較例 19	比較例 2 O	比較例 2 1
実施例13の 化粧品保存料	3 %								
実施例14の 化粧品保存料		3 %							
実施例15の 化粧品保存料			3%						
実施例16の 化粧品保存料				3%					
実施例17の 化粧品保存料					3%				
実施例18の 化粧品保存料						3 %			
EPL							0.03 %		
メチルハ* ラヘ・ン	/							0.6 %	
キサンタンカ・ム	0.05 %	0.05 %	0.05 %	0.05 %	0.05 %	0.05 %	0.05 %	0.05 %	0.05 %
べ へこルアルコール	1 %	1 %	1 %	1 %	1 %	1 %	1 %	1 %	1 %
ペンタステアリン酸デカク゚リセル	0.75 %	0.75 %	0.75 %	0.75 %	0.75 %	0.75 %	0.75 %	0.75 %	0.75 %
ステアロイル乳酸ナトリウム	0.25 %	0.25 %	0.25 %	0.25 %	0.25 %	0.25 %	0.25 %	0.25 %	0.25 %
流動が 57(2	5%	5 %	5 %	5 %	5 %	5 %	5 %	5 %	5 %
1,37゚チレングリコール	5%	5%	5 %	5 %	5 %	5 %	5 %	5 %	5 %
スクタラン	5%	5 %	5 %	5 %	5 %	5 %	5 %	5 %	5 %
滅菌精製水	84.95%	84.95%	84.95%	84.95%	84.95%	84.95%	87.92%	87.35%	87.95%

### 【0158】8-2. 安定性試験7

実施例 $31\sim36$  および比較例 $19\sim21$  の各乳液について、先述の「1-2. 安定性試験1」に記載の方法に準じて安定性試験を行った。その結果を表27 に示した。また、評価基準は、O; 色相変化、沈殿、浮遊物が認められない、X; 色相変化、沈殿、浮遊物が認められない、X; 色相変化、沈殿、浮遊物が認められる、の二段階とした。

[0159]

#### 【表27】:

		自視結果	
	0日目	45日目	90日目
実施例31	0	0	0
実施例32	0	0	0
実施例33	0	0	0
実施例34	0	0	0
実施例35	0	0	0
実施例36	0	0	0
比較例19	×	×	×
比較例20	0	0	0
比較例21	0	0	0

【0160】表27より明らかなように、本発明の実施例13~18の化粧品保存料を各々配合して作製した実施例31~36の乳液は、比較例19~21の乳液と比較して、同等以上の安定性を有していることがわかる。

【0161】8-3. 保存性試験7

実施例 $31\sim36$  および比較例 $19\sim21$  の各乳液について、先述の「1-3. 保存性試験1」に記載の方法に準じて保存性試験を行った。その結果を表28に示した。

[表28]

_	検:	検出される生菌数が10個/g以下となるまでの日数							
	C.albicans	A.niger	E.coli	P.aeruginosa	S.aureus				
実施例31	7	1 4	3	1	1				
実施例32	7	1 4	3	1	1				
実施例33	7	1 4	3	1	1				
実施例34	3	1 4	1	1	1				
実施例35	3	3	1	1	1				
実施例36	7	7	1	1	1				
比較例19	>28	>28	>28	28	28				
比較例20	1 4	>28	2 1	21	1 4				
比較例21	>28	>28	>28	>28	>28				

C. albicans: カンジダ アルビカンス (Candida albicans (ATCC 10231))

A.niger:アスペルギルス ニガー (Aspergil lus niger (ATCC 1604))

E.coli:エスケリチア コリ (Escherichia coli (ATCC8739))

P. aeruginosa: シュードモナス アエルギノサ (Pseudomonas aeruginosa (ATCC 9027))

S. aureus: スタフィロコッカス アウレウス (Staphylococus aureus (ATCC 6538))

【0163】表28より明らかなように、本発明の実施 40例13~18の化粧品保存料を各々配合して作製した実施例31~36の乳液は、比較例19~21の乳液と比較して、造粘多糖類が配合されていても本保存性試験に用いた全ての試験菌に対して防腐効果が高いことがわかる。

### 【0164】8-4. 皮膚刺激性試験6

実施例31~36および比較例19~21の各乳液について、先述の「1-4.皮膚刺激性試験1」に記載の方法に準じて皮膚刺激性試験を行った。その結果を表29に示した。また、評価基準は、-;刺激を感じない、

±;やや刺激を感じる、+;明らかに刺激を感じる、+ +;非常に刺激を感じる、の四段階とした。

#### 30 [0165]

#### 【表29】

	皮膚刺激性(パネラー人数)						
	_	±	+	++			
実施例3 1	20	0	0	0			
実施例32	19	1	0	0			
実施例33	20	0	0	0			
実施例34	20	0	0	0			
実施例35	19	1	0	0			
実施例36	19	1	0	0			
比較例19	18	2	0	0			
比較例20	10	7	2	1			
比較例2 1	20	0	0	0			

【0166】表29より明らかなように、本発明の実施例13~18の化粧品保存料を各々配合して作製した実施例31~36の乳液は、比較例20の乳液と比較して皮膚刺激性が低いことがわかる。

【0167】9. クリーム2

9-1. クリームの作製2 (実施例37~42および比較例22~24)

表30に示した割合に従い、滅菌精製水、化粧品保存料 (実施例13~18の化粧品保存料、メチルパラベ

50 ン)、ノニオン性界面活性剤(モノステアリン酸ポリオ

キシエチレン (40) グリコール)、およびその他成分 (ステアリン酸、セタノール、精製ラノリン、ミリスチ ン酸イソプロピル、トリエタノールアミン、ソルビトー ル、クエン酸)とを混合したのち、80℃に昇温、溶解

し、撹拌しながら室温まで冷却してクリーム (実施例3 7~42および比較例22~24)を得た。

[0168]

【表30】

実施例	実施例 37	実施例 38	実施例 39	実施例 4 0	<b>実施例</b> 4 1	実施例 42	比較例 22	比較例 23	比較例 24
実施例13の 化粧品保存料	10 %								
実施例14の 化粧品保存料		10 %							
実施例15の 化粧品保存料			10 %						
実施例16の 化粧品保存料				10 %					
安施例17の 化粧品保存料					10 %				
実施例18の 化粧品保存料						10 %			
EPL							0.1 %		
398A19A12							!	0.8 %	
モノステアリン酸木・リオキシ エチレン(20)ク・リコール	3%	3 %	3 %	3 %	3 %	3 %	3 %	3 %	3 %
ステアリン酸	10 %	10 %	10 %	10 %	10 %	10 %	10 %	10 %	10 %
t9/-h	2 %	2 %	2 %	2%	2 %	2 %	2 %	2 %	2 %
精製9/92	1 %	1 %	1 %	1 %	1 %	1 %	1 %	1 %	1%
きリスチン酸イソブロピール	1 %	1 %	1 %	1 %	1 %	1 %	1 %	1%	1 %
トリエタノー&フミン	1.5 %	1.5 %	1.5 %	1.5 %	1.5 %	1.5 %	1.5 %	1.5 %	1.5 %
785, F <del>-2</del>	70 %	70 %	70 %	70 %	70 %	70 %	70 %	70 %	70 %
クエン酸	0.25 %	0.25 %	0.25 %	0.25 %	0.25 %	0.25 %	0.25 %	0.25 %	0.25 9
減菌精製水	71.5 %	71.5 %	71.5 %	71.5 %	71.5 %	71.5 %	81.4 %	80.7 %	81.5 5

### 【0169】9-2. 安定性試験8

実施例37~42および比較例22~24の各クリーム 法に準じて安定性試験を行った。その結果を表31に示 した。また、評価基準は、〇;色相変化、離水が認めら れない、×;色相変化、離水が認められる、の二段階と した。

## [0170]

#### 【表31】

		目視結果	
	0日目	45日目	90日目
実施例37	0	0	0.
実施例38	0	0	0
実施例39	0	0	0
実施例40	0	0	0
実施例4 1	0	0	0
実施例42	0	0	0
比較例22	0	0	0
比較例23	0	0	0
比較例24	0	0	0

【0171】表31より明らかなように、本発明の実施 例13~18の化粧品保存料を各々配合して作製した実 について、先述の「1-2. 安定性試験1」に記載の方 30 施例37~42のクリームは、比較例22~24のクリ ームと比較して、同等の安定性を有していることがわか る。

#### 【0172】9-3. 保存性試験8

実施例37~42および比較例22~24の各クリーム について、先述の「1-3. 保存性試験1」に記載の方 法に準じて保存性試験を行った。その結果を表32に示 した。

[0173]

【表32】

	検出	検出される生菌数が10個/g以下となるまでの日数						
	C.albicans	A.niger	E.coli	P.aeruginosa	S.aureus			
実施例37	7	1 4	3	1	1			
実施例38	7	1 4	7	1	1			
実施例39	7	1 4	7	3	1			
実施例40	3	7	1	1	1			
実施例41	1	3	1	1	1			
実施例42	3	7	1	1	1			
比較例22	>28	>28	2 1	28	1 4			
比較例23	28	2 1	2 1	>28	>28			
比較例24	>28	>28	>28	>28	>28			

C. albicans: カンジダ アルビカンス (Candida 10 albicans (ATCC 10231))

A. niger:アスペルギルス ニガー (Aspergil lus niger (ATCC 1604))

E. coli: エスケリチア コリ (Escherichia coli (ATCC8739))

P. aeruginosa:シュードモナス・アエルギノサ (Pse udomonas aeruginosa (ATCC 9027))

S. aureus: スタフィロコッカス アウレウス (Stap hylococus aureus (ATCC 653 8))

【0174】表32より明らかなように、本発明の実施 例13~18の化粧品保存料を各々配合して作製した実 施例37~42のクリームは、比較例22~24のクリ ームと比較して、ノニオン性界面活性剤が配合されてい ても本保存性試験に用いた全ての試験菌に対して防腐効 果が高いことがわかる。

【0175】9-4.皮膚刺激性試験7

実施例37~42および比較例22~24にて作製した 1」に記載の方法に準じて皮膚刺激性試験を行った。そ の結果を表33に示した。また、評価基準は、一;刺激 を感じない、±;やや刺激を感じる、+;明らかに刺激 を感じる、++;非常に刺激を感じる、の四段階とし た。

[0176]

【表33】

	皮膚刺激性(パネラー人数)						
		±	+	++			
実施例37	18	2	0	0			
実施例38	18	2	0	0			
実施例39	1 7	2	1	0			
実施例40	18	1	1	0			
実施例41	18	2	0	0			
実施例42	19	1	0	0			
比較例22	20	0	0	0			
比較例23	7	9	2	2			
比較例24	19	1	0	0			

【0177】表33より明らかなように、本発明の実施 20 例13~18の化粧品保存料を各々配合して作製した実 施例37~42のクリームは、比較例23のクリームと 比較して、皮膚刺激性が低いことがわかる。

【0178】10. シャンプー2

10-1. シャンプーの作製2 (実施例37~42およ び比較例22~24)

表34に示した割合に従い、滅菌精製水、化粧品保存料 (実施例13~18の化粧品保存料、メチルパラベ ン)、アニオン性界面活性剤(ラウリル硫酸トリエタノ ールアミン、ポリオキシエチレンラウリルエーテル硫酸 各クリームについて、先述の「1-4.皮膚刺激性試験 30 ナトリウム・3エチレンオキサイド付加物)、ノニオン 性界面活性剤(ヤシ油脂肪酸ジエタノールアミド)、お よびその他成分(プロピレングリコール、クエン酸、ク エン酸三ナトリウム)とを混合したのち、80℃に昇温 し、乳化混合しながら室温まで冷却してシャンプー(実 施例37~42および比較例22~24)を得た。

[0179]

【表34】

39								40	
実施例	実施例 37	実施例 38	実施例 3 9	実施例 4 0	実施例 4 1	実施例 42	比較例 22	比較例 23	比較例 24
実施例13の 化粧品保存料	6 %								
実施例14の 化粧品保存料	:	6 %							
実施例15の 化粧品保存料			6 %						
実施例16の 化粧品保存料			-	6 %					
実施例17の 化粧品保存料					6%				
実施例18の 化粧品保存料						6 %			
EPL							0.06 %		
メチルハ・ラヘ・ン								0.6 %	-
ラウリル硫酸トリエタノールアミン	6%	6%	6 %	6 %	6 %	6 %	6 %	6%	6 %
ポリオキシエチレンラウリルエーテル 硫酸ナトリウム・3EO付加	3 %	3 %	3 %	3 %	3 %	3 %	3 %	3 %	3 %
ヤシ油ジ。エタノールアミト	5 %	5 %	5%	5 %	5 %	5 %	5 %	5 %	5 %
クエン酸三ナトリウム	2 %	2 %	2 %	2 %	2 %	2 %	2 %	2 %	2 %
クエン酸	0.5 %	0.5 %	0.5 %	0.5 %	0.5 %	0.5 %	0.5 %	0.5 %	0.5 %
プロピレンク゚リコール	5 %	5 %	5 %	5 %	5 %	5 %	5 %	5 %	5 %
滅菌精製水	72.5 %	72.5 %	72.5 %	72.5 %	72.5 %	72.5 %	78.44%	77:9 %	78.5 %

## 【0180】10-2. 安定性試験9

実施例37~42および比較例22~24の各シャンプ 方法に準じて安定性試験を行った。その結果を表35に 示した。また、評価基準は、○;色相変化、沈殿、浮遊 物が認められない、×;色相変化、沈殿、浮遊物が認め られる、の二段階とした。

### [0181]

【表35】

		目視試験	
	0日目	45日目	90日目
実施例31	0	0	0
実施例32	0	0	0
実施例33	0	0	0
実施例34	0	0	0
実施例35	. 0	0	0
実施例36	0	0	0
比較例16	×	×	×
比較例17	0	0	0
比較例18	0	0	0

【0182】表35より明らかなように、本発明の実施 例13~18の化粧品保存料を各々配合して作製した実 ーについて、先述の「1-2. 安定性試験 1」に記載の 30 施例  $37\sim42$ のシャンプーは、比較例  $22\sim24$ にて 作製した各シャンプーと比較して、同等以上の安定性を 有していることがわかる。

【0183】10-3. 保存性試験9

実施例37~42および比較例22~24にて作製した 各シャンプーについて、先述の「1-3. 保存性試験 1」に記載の方法に準じて保存性試験を行った。その結 果を表36に示した。

[0184]

【表36】

	検は	検出される生菌数が10個/g以下となるまでの日数							
	C.albicans	A.niger	E.coli	P.aeruginosa	S.aureus				
実施例31	7	3	1	1	1				
実施例32	7	3	1	1	1				
実施例33	7	3	1	1	1				
実施例34	7	3	1	1	1				
実施例35	7	1	1	1	1				
実施例36	7	3	1	1	1				
比較例16	1 4	3	1	28<	1				
比較例17	7	3	1	28<	1				
比較例18	1 4	3	1	28<	1				

C. albicans: カンジダ アルビカンス (Candida 10 階とした。

albicans (ATCC 10231))

A.niger:アスペルギルス ニガー (Aspergil lus niger (ATCC 1604))

E. coli: エスケリチア コリ (Escherichia coli (ATCC 8739))

P. aeruginosa:シュードモナス アエルギノサ (Pseudomonas aeruginosa (ATCC 9027))

S. aureus:スタフィロコッカス アウレウス (Staphylococus aureus (ATCC 6538))

【0185】表36より明らかなように、本発明の実施例13~18の化粧品保存料を各々配合して作製した実施例37~42のシャンプーは、比較例22~24のシャンプーと比較して、アニオン性界面活性剤およびノニオン性界面活性剤が存在していても、カンジダアルビカンス(Candida albicans)、およびシュードモナスアエルギノサ(Pseudomonas aeruginosa)に対する防腐効果が高いことがわかる。

【0186】10-4.皮膚刺激性試験8 実施例37~42および比較例22~24にて作製した 各シャンプーについて、 先述の「1-4.皮膚刺激性 試験1」に記載の方法に準じて皮膚刺激性試験を行っ た。その結果を表37に示した。また、評価基準は、 -;刺激を感じない、±;やや刺激を感じる、+;明ら かに刺激を感じる、++;非常に刺激を感じる、の四段 [0187]

【表37】

	皮膚刺激性(パネラー人数)			
		±	+	++
実施例31	15	3	2	0
実施例32	16	3	1	0
実施例33	15	3	2	0
実施例34	14	4	2	0
実施例35	15	3	2	0
実施例36	15	4	1	0
比較例16	15	3	2	0
比較例17	7	4	6	3
比較例18	14	4	2	0

【0188】表37より明らかなように、本発明の実施例13~18の化粧品保存料を各々配合して作製した実施例13~18の化粧品保存料を各々配合して作製した実施例37~42のシャンプーは、比較例17のシャンプーと比較して、皮膚刺激性が低いことがわかる。

#### [0189]

【発明の効果】本発明の化粧品および化粧品保存料は、 化粧品成分による吸着や造塩、および抗菌性阻害を受け 30 ることがなく、さらに、該化粧品は肌荒れや皮膚刺激性 が少ない。従って、本発明の化粧品および化粧品保存料 は、洗浄用化粧品、頭髪化粧品、基礎化粧品、メークア ップ化粧品、日焼け・日焼け止め化粧品、爪化粧品、ア イライナー化粧品、口唇化粧品、口腔化粧品、および入 浴用化粧品などの化粧品用途に幅広く好適に使用するこ とができる。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. 7

識別記号

FΙ

テーマコード(参考)

A 6 1 K 7/075

A 6 1 K 7/075

Fターム(参考) 4C083 AA03 AA122 AB011 AB281

, **i** 

AC022 AC072 AC092 AC112

AC122 AC132 AC231 AC242

AC271 AC291 AC301 AC302

AC352 AC391 AC402 AC421

AC422 AC432 AC441 AC542

AC581 AC582 AC642 AC782

AD191 AD221 AD332 AD352

AD411 AD412 AD512 AD572

BB01 BB04 BB05 BB07 BB42

BB44 CC04 CC05 CC38 DD23

DD27 DD31 EE01 EE03 EE06

EE10 FF05